

51

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



Int. Cl.:

C 04 b, 43/00

C 04 b, 43/02

E 04 b, 1/62

F 16 l, 59/00

52

Deutsche Kl.:

80 b, 9/20

80 b, 9/02

37 a, 1/62

47 f1, 59/00

10

11

Offenlegungsschrift 2 300 724

21

Aktenzeichen: P 23 00 724.1

22

Anmeldetag: 8. Januar 1973

43

Offenlegungstag: 11. Juli 1974

Ausstellungspriorität: —

30

Unionspriorität

32

Datum: —

33

Land: —

31

Aktenzeichen: —

54

Bezeichnung: Isoliermaterialien und Verfahren zu deren Herstellung sowie daraus hergestellte isolierte Gegenstände

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder: W.R. Grace & Co., New York, N.Y. (V.St.A.)

Vertreter gem. § 16 PatG: Boettner, E., Dr.-Ing.; Müller, H.-J., Dipl.-Ing.;
Berendt, Th., Dipl.-Chem. Dr.; Pat.-Anwälte, 8000 München

72

Als Erfinder benannt: Legal jun., Casimer C., Elkridge; Veltman, Preston L., Severna Park;
Md. (V.St.A.)

DT 2 300 724

W.R. GRACE & CO., 3 Hanover Square, New York, N.Y. (V.St.A.)

Isoliermaterialien und Verfahren zu deren Herstellung
sowie daraus hergestellte isolierte Gegenstände

Die vorliegende Erfindung betrifft Isoliermaterialien, Verfahren zu deren Herstellung und solche Isoliermaterialien aufweisende isolierte Gegenstände. Insbesondere betrifft die Erfindung Leicht-Isolierstoffe, die gegen Hitze und bzw. oder Schall isolieren und aus abgebundenen und gehärteten zerschäumten Alkalisilikat-Massen bestehen, die 10 bis 75 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamt-Trockengewicht der Masse, abgeblätterten Vermiculit und bzw. oder geblähten Perlit enthalten.

Es sind bereits Alkalisilikat-Überzugsmassen und bzw. oder -Isoliermassen bekannt geworden, die poröse oder "zerschäumte" Alkalisilikatprodukte enthalten. Wenn auch die zum Stand der Technik gehörigen Produkte im allgemeinen für die angegebenen Zwecke befriedigend brauchbar sind, so weisen sie doch mehrere Nachteile auf. So bestehen

gewisse Schwierigkeiten in Bezug auf die verhältnismäßig langen Abbinde- und Aushärtungszeiten, welche die Fabrikation der Fertigprodukte erfordert. Auch lassen das Hitze- und Schall-Isoliervermögen und bzw. oder die Hochtemperaturbeständigkeit der zum Stand der Technik gehörigen Produkte viel zu wünschen übrig.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist nun die Entwicklung neuer und verbesserter Hitze- und bzw. oder Schallisoliermaterialien sowie eine Arbeitsmethode, um die Abbinde- und Aushärtungszeit der zerschäumten und nicht zerschäumten Alkalisilikat-Isoliermassen beträchtlich herabzusetzen.

Die erfindungsgemäßen neuen und verbesserten Hitze- und bzw. oder Schallisoliermaterialien bestehen aus dem abgebundenen und gehärteten Produkt eines Gemisches aus einem flüssigen Alkalisilikat, z.B. Natriumsilikat, das eine Konzentration von 25° bis 60° Baumé, beispielsweise 35 bis 50° Baumé, aufweist und in dem das Alkalioxyd : Siliciumdioxyd-Gewichtsverhältnis 1 : 1 bis 1 : 5, beispielsweise 1 : 2,75 bis 1 : 3,75, beträgt, ferner aus einer genügenden Menge eines Härtungsmittels für das Silikat, um den Alkalioxyd-Gehalt desselben in eine weniger lösliche Form überzuführen und zugleich den Siliciumdioxyd-Gehalt als unlösliches SiO_2 zu fällen, aus 0,05 bis 1 Gewichtsprozent, bezogen auf das Silikatgewicht, eines im alkalischen Medium wirksamen Schaummittels, z.B. einer Fettsäure mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen, und schließlich aus 10 bis 75 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht der Masse, abgeblätterttem Vermiculit und bzw. oder geblähtem Perlit.

409828/0950

Gemäß einem Merkmal der vorliegenden Erfindung ist entdeckt worden, daß die Abbinde- und Härnungszeit des flüssigen Alkalisilikats ganz wesentlich dadurch verkürzt werden kann, daß man als Härnungsmittel einen fein verteilten Feststoff verwendet, der eine maximale Teilchengröße von 10 Mikron aufweist, wie z.B. die Kieselflußsäure oder ein anorganisches Fluorsilikat.

Die bei der vorliegenden Erfindung zur Anwendung kommenden Alkalisilikate sind bekannte Stoffe. Zu ihnen gehören das Lithium-, Natrium- oder Kaliumsilikat in wäßrigen Lösungen, Dispersionen oder Suspensionen in der oben angegebenen Konzentration, vorzugsweise von etwa 42° Baumé. Das bevorzugt in Frage kommende Alkalisilikat ist das Natriumsilikat, und das bevorzugt einzuhaltende Alkalioxyd : Siliciumdioxyd-Verhältnis ist ein solches von 1 : 3,25.

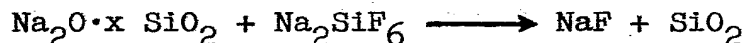
Das bei der praktischen Durchführung der Erfindung verwendete Härnungsmittel kann irgendeines jener Materialien sein, wie sie in der belgischen Patentschrift 753 761 beschrieben sind, in der das Mittel als ein Siliciumdioxyd "polymerisierendes" Mittel bezeichnet wird, oder es kann irgendeines der anderen bestimmten Materialien sein, die nachstehend angeführt werden. Zu diesen Materialien gehören die Metallsalze der Kieselflußsäure, Fluortitansäure oder Borfluorwasserstoffsäure, wie die Alkalisalze (einschließlich der Ammoniumsalze), Erdalkalisalze (einschließlich des Magnesiumsalzes), die Zink- oder Kupfersalze, und ebenso die freien Säuren, nämlich die Kieselflußsäure, die Fluortitansäure und die Borfluorwasserstoffsäure; die Salze schwacher Säuren mit mehrwertigen Metallen; Organoborate, wie Tributylborat und Trioctylborat; die Alkoxyester oder Carbonsäureester von mehrwertigen Metallen, wie Tetraalkyltitanate;

binäre anorganische Salze, wie das Calcium-Natriumborat und Calcium-Lithiumborat; Magnesiumphosphat; und schließlich Gemische der vorerwähnten chemischen Verbindungen. Unter dem oben angeführten Ausdruck "schwache Säure" soll eine Säure verstanden werden, die einen pK_A -Koeffizienten (d.i. der Logarithmus der Dissoziationskonstante) aufweist, der gleich oder größer als 1,3 ist. Als Beispiele solcher Säuren sind anzuführen Phosphorsäure, Jodsäure, Flußsäure, tellurige Säure, Aluminiumhydroxyd, Borsäure, Essigsäure, Fumarsäure, Maleinsäure, Malonsäure oder Bernsteinsäure. Als Beispiele von mehrwertigen Metallsalzen dieser Säuren sind zu erwähnen das Trimagnesiumphosphat, Calciumfluorsilikat, Calciumaluminat, Calciumtellurit, Bariumhypophosphat, basische Aluminiumacetat, Calciumfluorid, Calciumorthophosphat, wasserfreie Calciumpyrophosphat, Kupferacetat-monohydrat, Calciumwolframat (Scheelit), Cadmiumwolframat; die reaktiven Formen des Aluminiumoxyds, wie Aluminium^{oxyd}hydrate oder Lithium-, Natrium-, Kalium-, Calcium- oder Bariumaluminat; die Borate mehrwertiger Metalle, wie das Zink-, Aluminium-, Calcium-, Kobalt- oder Eisenborat; das Calciumfumarat, Calciummaleat, Calciummalonat oder Calciumsuccinat. Die bevorzugt in Frage kommenden Härtungsmittel, die bei der praktischen Ausführung der vorliegenden Erfindung Anwendung finden, sind die Kieselflußsäure, das Ammoniumfluorsilikat oder die Fluorsilikate des Lithiums, Natriums, Kaliums, Bariums, Calciums, Magnesiums, Zinks oder Kupfers sowie Gemische der vorstehend angeführten Fluorsilikat-Materialien. Das mit besonderem Vorteil verwendete Härtungsmittel ist das Natriumfluorsilikat.

Das Abbinden und Härten (oder die "Polymerisation") des flüssigen Alkalisilikats tritt bei Raumtemperaturen ein.

Die Geschwindigkeit der Abbinde- und Härtingsreaktion kann durch zweckentsprechende Auswahl der Härtungsmittel aus dem Kreis der vorangehend angeführten Vertreter gesteuert werden.

Die Härtungsmittel werden in Mengen verwendet, die zumindest ausreichen, um den Alkalioxyd-Gehalt des flüssigen Silikas in eine weniger lösliche Form, vorzugsweise in eine unlösliche Form, überzuführen und zugleich den Siliciumdioxyd-Gehalt als unlösliches SiO_2 zu fällen. Verwendet man das bevorzugte Härtungsmittel Natriumfluorsilikat (Na_2SiF_6), so wird das Alkalioxyd in dem Silikat in unlösliches Alkalifluorid umgewandelt. Die Mindestmengen an Fluorsilikat, die stöchiometrisch erforderlich sind, um die Reaktion zum vollständigen Ablauf zu bringen, können leicht anhand der Reaktionsgleichung



errechnet werden. Bei dem bevorzugt zu verwendenden Natriumsilikat, das ein $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ -Verhältnis von annähernd 3,25 und eine Konzentration von etwa 42° Baumé aufweist, beträgt die erforderliche Mindestmenge an Na_2SiF_6 im typischen Fall etwa 12 bis 15 Teile pro 100 Teile der Silikatlösung.

In der vorerwähnten belgischen Patentschrift 753 761 ist beschrieben, daß ein verhältnismäßig langsames Abbinden und Härten bei Verwendung von "gepulvertem" (d.h. eine Feinheit von 50 bis 100 Mikron aufweisendem) Natriumfluorsilikat eintritt.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird ein Härtungsmittel von extrem kleiner Teilchengröße

verwendet, um Härtings- und Abbindezeiten in der Größenordnung von 2 bis 5 Minuten zu erreichen, wohingegen in der genannten belgischen Patentschrift Abbindezeiten von 1 Stunde oder mehr angeführt sind. In Bezug auf dieses Merkmal der vorliegenden Erfindung soll der Ausdruck "sehr fein verteilt" Teilchengrößen von nicht größer als etwa 10 Mikron und vorzugsweise nicht größer als etwa 1 bis 2 Mikron bedeuten. Dieses Merkmal der Erfindung ist anwendbar auf abgebundene und gehärtete Produkte, die ein flüssiges Alkalisilikat allein enthalten, oder auf die anderen Produkte, die Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind und ein Schaummittel und einen abgeblätternen Vermiculit- oder geblähten Perlit-Isolierstoff enthalten.

Die geringgewichtigen zerschäumten Massen der vorliegenden Erfindung enthalten als weiteren Bestandteil ein Schaummittel für das flüssige Alkalisilikat. Soweit das Alkalisilikat ein alkalisches Material ist, muß das Schaummittel notwendigerweise ein solches sein, das unter alkalischen Bedingungen seine Wirkung entfaltet. Es können die verschiedenartigsten Schaummittel verwendet werden, und hierzu gehören Fettsäureseifen, wie Erdalkaliseifen von Säuren, wie Palmitinsäure, Ölsäure, Stearinsäure, Linolsäure, Linolensäure, Naphthensäure oder Laurinsäure, oder Gemische von beliebigen zwei oder mehreren der genannten Säuren; Alkali- und Erdalkalisalze von Alkyl- und bzw. oder Alkenylsulfonsäuren (z.B. Natrium-Laurylsulfonat); freie Fettsäuren, wie Palmitinsäure, Ölsäure, Stearinsäure, Linolsäure, Linolensäure, Naphthensäure und Laurinsäure und irgendeines der bekannten, im Handel befindlichen oberflächenaktiven

Äthylenoxyd- und bzw. oder Propylenoxyd-Kondensationsprodukte mit Verbindungen, die reaktionsfähige Wasserstoffatome enthalten, wie Wasser, Alkohole, Monocarbonsäuren, Aminoalkohole, Amide, Phenole und Alkylphenole. Bei der bevorzugten Ausgestaltung der vorliegenden Erfindung besteht das verwendete Schaummittel aus einer freien Fettsäure mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen, z.B. Laurinsäure, Ölsäure, Stearinsäure oder Palmitinsäure. Ein im Handel erhältliches Schaummittel, das sich als äußerst gut brauchbar für eine Verwendung bei der vorliegenden Erfindung erwiesen hat, ist ein Produkt vom Protein-Typ, das von der Mearl Corporation, Roselle Park, New Jersey, V.St.A. unter der Handelsbezeichnung "Airocel PK" vertrieben wird.

Bei der praktischen Ausführung der vorliegenden Erfindung wird das Schaummittel in Mengen verwendet, die größenordnungsmäßig etwa 0,05 bis etwa 1 Gewichtsprozent, vorzugsweise 0,1 bis 0,8 Gewichtsprozent, am besten etwa 0,4 Gewichtsprozent, bezogen auf das Feuchtgewicht des verwendeten flüssigen Alkalisilikates, betragen.

Als letzten Bestandteil enthalten die bevorzugten Massen der vorliegenden Erfindung ein Isoliermaterial aus der Stoffgruppe, die aus abgeblätterttem Vermiculit, geblähtem Perlit oder einem Gemisch dieser beiden Materialien besteht. Der abgeblätterte Vermiculit kann irgendeines der bekannten, im Handel erhältlichen Materialien^{sein}, wie sie z.B. von der "Construction Products Division" der "W.R. Grace & Co.", New York, N.Y., V.St.A., als abgeblätterter Vermiculit, Sorten Nr. 2, 3, 4 oder 5, im Handel vertrieben werden, wobei die Sorten-Nummern Unterschiede in der Teilchen- oder Siebgröße angeben. Höhere Sorten-

Nummern entsprechen kleineren Teilchengrößen. Es kann erfindungsgemäß irgendeine der bekannten Handelssorten verwendet werden. Kleinere Teilchengrößen neigen dazu, Endprodukte mit höheren Schüttgewichten zu ergeben.

Der abgeblätterte Vermiculit und bzw. oder geblähte Perlit wird den erfindungsgemäßen Massen in Mengen einverleibt, die sich auf etwa 10 bis etwa 75 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamt-Trockengewicht der Masse, belaufen. Vorzugsweise beträgt die Vermiculit- oder Perlit-Menge etwa 40 bis etwa 60 Gewichtsprozent, am besten mindestens etwa 50 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtrockengewicht.

Einer der am deutlichsten in Erscheinung tretenden Vorteile der vorliegenden Erfindung ist die Möglichkeit, in die Isoliermassen eine größere Menge des Vermiculit- und bzw. oder Perlit-Isoliermaterials einarbeiten zu können. Bei den bekannten, ähnlich aufgebauten Massen, bei denen Vermiculit oder Perlit verwendet worden ist, hat die Erfahrung gezeigt, daß die Höchstmenge, die eingearbeitet werden kann, nur etwa 30 bis 35 %, im typischen Fall noch weniger, d.h. bis zu etwa 30 %, beträgt. Soweit derzeit bekannt, hat kein früherer Bearbeiter dieses Problems die Möglichkeit erkannt oder ist in der Lage gewesen, Isoliermassen herzustellen, die Vermiculit- und bzw. oder Perlit-Isolierstoffe in den Mengen enthalten, wie sie die vorliegende Erfindung zu verwenden erlaubt.

Ein weiterer entscheidender Vorteil der Massen der vorliegenden Erfindung, wie sie vorangehend beschrieben sind, besteht darin, daß sie durch Aufspritzen, Aufstreichen, Tauchimprägnieren oder Formgießen aufgebracht werden können,

um einen Überzug auf einem Substrat zu bilden, ohne daß sie eine weitere Verdünnung benötigen. Im Hinblick auf die verhältnismäßig kleinen Wassermengen, die in den Massen vorhanden sind, wie sie gemäß der vorangehenden Beschreibung hergestellt werden, ermöglicht dies eine wirksamere Ausnutzung der Spritzbeschichtungs- und bzw. oder Formpreß-Vorrichtungen und bzw. oder eine Herabsetzung des Zeit- oder Energiebedarfs, der für das Abbinden und Härten des Produktes aufzuwenden ist, nachdem dieses formuliert worden ist.

Zusätzlich zu den oben erwähnten Komponenten können den erfindungsgemäßen Massen für verschiedene Anwendungszwecke mannigfaltige andere Ingredienzien einverleibt werden. Eine besondere Klasse von zusätzlichen Bestandteilen von spezieller technischer Bedeutung sind Natur- und Kunstfasern, die dem Zweck dienen, dem fertigen, gehärteten und abgebundenen Produkt eine zusätzliche physikalische Festigkeit zu verleihen. Ein derartiges Material umfaßt z.B. Glasfasern, Glaswolle, Mineralwolle, wie Steinwolle und Schlackenwolle. Andere verstärkende Mittel, die von besonderem technischen Interesse sind, sind Schwermetallsilikate, wie Aluminiumsilikat, Calciumsilikat und Magnesiumsilikat in fein verteilter Form.

Diese Materialien erhöhen die Kohäsions- und Adhäsionsfestigkeit der Fertigprodukte.

Es kann auch empfehlenswert sein, in die Massen ein wasserfestmachendes Mittel, wie unlösliche Erdalkaliseifen von höhermolekularen (d.h. C_{12} - bis C_{22} -) Fettsäuren, wie z.B. Calciumoleat oder Calciumstearat, einzuarbeiten. Sie kön-

nen als solche den Massen vor der Abbinde- und Härtungsstufe zugesetzt werden oder - gewünschtenfalls - kann die Erdalkaliseife in situ gebildet werden vermittlems Zusetzen eines wasserlöslichen Erdalkalisalzes und, erforderlichenfalls, einer zusätzlichen Menge des Schaummittels vom Typ der höhermolekularen Fettsäure, wie Ölsäure, zur Masse, bevor diese zerschäumt und dann zum Abbinden und Härten gebracht wird.

Die Massen können auch ein wasserlösliches Phosphat, wie Monocalciumphosphat, enthalten, das in situ unlösliche Phosphate bildet. Für dekorative Zwecke können auch Farbstoffe und Pigmente zugesetzt werden.

Die erfindungsgemäßen Massen finden technische Anwendung zum Formen von feuerfesten und akustischen Produkten vermittlems Formgieß-, Preß-, Gieß- oder Verformungs-Prozeduren, die vor der Zeit ausgeführt werden, in der die Massen härten und abbinden. Wie oben bereits erwähnt, sind die Massen auch geeignet zum Aufbringen als Überzüge durch Aufspritzen oder Aufstreichen auf ein Substrat, wie Baustahl, Wandverkleidungen u.dgl. Baumaterialien.

Sie können auch als Überzüge für die Oberflächen in natürlicher Umgebung Anwendung finden, z.B. in Bergwerken, Tunnels und Untergrundbahn-Systemen.

Die praktische Durchführung der Erfindung soll nun durch die folgenden Beispiele näher erläutert, jedoch in keiner Weise eingeschränkt werden.

In allen Beispielen sind die Teile der Bestandteile in Gewichtsteilen angegeben, sofern nichts anderes ausdrücklich vermerkt ist.

Beispiel 1

In diesem Beispiel wurde das Isoliermaterial aus folgenden Bestandteilen hergestellt:

<u>Bestandteile</u>	<u>Gewichts- teile</u>
(1) flüssiges Natriumsilikat ($\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2 = 1:3,25$; 42° Baumé)	194,7
(2) Ölsäure	0,72
(3) Natriumfluorsilikat (30 - 100 Mikron)	29,6
(4) geblähter Perlit (100 % gehen durch ein 10-Maschensieb, 90 % bleiben auf einem 100-Maschensieb zurück; Siebe der US- Standardsiebreihe)	90,0

Die Bestandteile (1) und (2) wurden zusammengemischt und in einem handelsüblichen "Whisk"-Mischer (Modell Nr. K5-A, Hersteller "The Hobart Manufacturing Co., Troy, Ohio) geschlagen, um ein zerschäumtes Silikat zu ergeben. Dann wurden 55 Teile des Perlits zugesetzt und eingemischt, und danach erfolgte der Zusatz und das gründliche Eindispersieren des Natriumfluorsilikats; zum Schluß erfolgte die Zugabe und das Einmischen des restlichen Perlits. Die Masse wurde schnell in eine Form gegossen, und man ließ sie darin bei Raumtemperatur abbinden und härten. Innerhalb von 12 Stunden wurde ein selbsttragendes Leicht-Isoliermaterial gebildet.

Beispiel 2

In diesem Beispiel war die Zusammensetzung der Masse die gleiche wie in Beispiel 1 mit der Abänderung, daß 150 Teile abgeblätterter Vermiculit, Sorte Nr. 2, anstelle des Perlits verwendet wurden. Die Herstellungsprozedur war ebenfalls dieselbe wie die des Beispiels 1 mit der Abänderung,

daß der gesamte Vermiculit als Schlußbestandteil zugesetzt wurde nach dem Zerschäumen des Silikats und dem Einmischen des Natriumfluorsilikat-Härter. Eine Portion der Masse wurde schnell in eine Form gegossen und bei Raumtemperatur abbinden und härten gelassen. Eine weitere Portion wurde in einer Plattenform gepreßt, um ein Formstück vom Typ eines Isolierblocks zu bilden. Innerhalb von 12 Stunden wurde in jedem Fall ein selbsttragendes, isolierendes Leichtmaterial erhalten.

Die Masse wurde auf ihre Brauchbarkeit als feuerhemmender Überzug für Blankstahl getestet, indem man eine Portion in einen Papierbecher goß und ein Band aus verzinktem Stahl vom Format 2,5 x 20 cm in das Material legte, solange sich dieses noch im Zustand eines fließfähiges Breies befand. Die fließfähige Masse hatte Gelegenheit, am Teststück fest anzukleben. Nachdem das Material vollständig ausgehärtet war, wurde das Test-Musterstück aus der Form herausgenommen, und das mit dem Isoliermaterial überzogene Ende wurde etwa 10 Minuten lang in die offene Flamme eines Fisher-Gasbrenners gehalten. Es wurde keine wesentliche Veränderung im strukturellen Gesamtaufbau der Isolierung festgestellt. Lediglich eine geringe Verfärbung der Oberfläche war eingetreten. Der Stahl-"Handgriff" des Stahl-Musterstückes war mäßig warm, konnte aber während der 10 Minuten dauernden Testperiode bequem in der Hand des Untersuchers gehalten werden.

Beispiel 3

In diesem Beispiel wurde die folgende Masse in der in Beispiel 2 beschriebenen Weise hergestellt:

409828/0950

<u>Bestandteile</u>	<u>Gewichts- teile</u>
(1) das flüssige Natriumsilikat des Beispiels 1	120
(2) Wasser	30
(3) Airocel PK (Mearl Manufacturing Corp.)	5
(4) Natriumfluorsilikat (30 bis 100 Mikron)	18,2
(5) abgeblätterter Vermiculit, Sorte Nr. 5	90,0

Die Masse, die etwa 57 Gewichtsprozent Vermiculit, auf der Grundlage der Trockengewichte berechnet, enthielt, war zum Gießen, Pressen oder Verformen gut geeignet.

Beispiel 4

Die Masse dieses Beispiels war identisch mit jener des Beispiels 3 mit der Abänderung, daß der Vermiculit-Gehalt auf 73 Gewichtsteile herabgesetzt wurde. Wenn- gleich das Produkt etwa 51 Gewichtsprozent Vermiculit, auf der Grundlage der Trockengewichte berechnet, enthielt, erwies es sich als brauchbar zum Aufbringen durch Auf- spritzen zwecks Beschichtung von Oberflächen, und zwar sowohl für vertikale als auch horizontale Oberflächen. Diese Masse wurde dem Test mit der offenen Flamme, wie er in Beispiel 2 beschrieben ist, unterworfen, und zwar für eine Expositionsdauer von 5 Minuten. Die einzige Än- derung, die im Isoliermaterial beobachtet werden konnte, bestand in einer geringen Oberflächenverfärbung. Der Stahl-"Griff" des Test-Musterstückes fühlte sich in jedem Augenblick des Versuches nicht merklich wärmer an.

Diese Masse war auch für andere Gieß-, Spritz-, Preß- oder Verformungs-Anwendungen geeignet.

Beispiel 5

In diesem Beispiel war die Zusammensetzung der Masse die folgende:

<u>Bestandteile</u>	<u>Gewichts- teile</u>
(1) das flüssige Natriumsilikat des Beispiels 1	120
(2) Ölsäure	0,4
(3) Airocel PK (vgl. Beispiel 3)	5,0
(4) Wasser	30
(5) zerhackte Glasfasern	3,27
(6) Natriumfluorsilikat	18

Der für diese Masse verwendete Fluorsilikat-Härter war in einem Strahl-Zerkleinerer gemahlen worden, und zwar in einer handelsüblichen Jet-Mahlanlage (20 cm-"Jet pulverizer" der "Jet Pulverizer Company, Palmyra, New Jersey) bei Raumtemperatur unter Verwendung von Luft als Zerkleinerungsmedium, die unter einem Druck von $10,55 \text{ kg/cm}^2$ durch eine Düse von einer Öffnungsweite von 0,25 mm eingedrückt wurde. Der Mahlring war ein Ring # 9 mit 6 Strahldüsen mit einer Düsen-Öffnungsweite von 0,25 mm. Die Teilchengröße entsprach, wie durch elektronenmikroskopische Untersuchung festgestellt wurde, einem Durchmesser in der Größenordnung von 1 bis 8 Mikron. Einige Teilchen wiesen einen Durchmesser von weniger als 1 Mikron auf.

Die Masse erwies sich als gut geeignet zum schnellen Aufbringen durch Spritzen oder für ein rasches Verformen, Gießen oder Pressen. Sie band schnell ab und härtete in weniger als 10 Minuten zu einem festen, selbsttragenden Leichtmaterial aus.

Beispiel 6

In diesem Beispiel war die Zusammensetzung der Masse die folgende:

<u>Bestandteile</u>	<u>Gewichts- teile</u>
(1) das Natriumsilikat des Beispiels 1	546
(2) Ölsäure	2
(3) Natriumfluorsilikat	83
(4) Glasfasern	15

Das verwendete Fluorsilikat war das äußerst fein verteilte Material, das in Beispiel 5 beschrieben ist.

Das flüssige Natriumsilikat und die Ölsäure wurden 2 Minuten lang in einem Osterizer-Mischer vermischt und dann in ein Einliter-Becherglas gefüllt. Das Fluorsilikat und die Glasfasern wurden dann gleichzeitig zugesetzt, und das Gemisch wurde von Hand 1,75 Minuten gerührt und war ziemlich dick. Die fertige Mischung wurde schnell in eine Form gegossen. Sie band rasch ab und härtete in weniger als 10 Minuten aus. Beim Testen dieses Produktes bei 800°C wurde festgestellt, daß es eine ausgezeichnete Kohäsionsfestigkeit und ein überlegenes Haftvermögen auf verzinktem Stahl aufwies.

Proben des Produktes wurden auch auf ihre Form-Beständigkeit in einem Muffelofen bei wechselnden Temperaturen zwischen 600 und 900°C getestet. Das Produkt war formbeständig bis zu Temperaturen von 800°C. Bei 900°C trat nur eine geringe Größenabnahme ein und eine schwache Rißbildung auf der Oberfläche.

Bei jenen Massen, bei denen der äußerst fein verteilte feste Härter verwendet wird, kann dieser durch Strahl-Zerkleinerung, wie beschrieben, oder durch irgendeine andere zweckmäßige Arbeitsweise, z.B. durch Mahlen in einer Kugel- oder Hammermühle, hergestellt werden.

Bei denjenigen Massen, die Fasermaterialien als Verstärkungsmittel enthalten, werden die letztgenannten im typischen Fall in Mengen von etwa 2 bis 20 (z.B. 5 bis 15) Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamt-Trockengewicht, eingearbeitet.

Patentansprüche

1. Gegen Hitze und bzw. oder Schall isolierende Materialien, dadurch gekennzeichnet, daß sie bestehen aus dem abgebundenen und gehärteten Produkt eines Gemisches aus einem flüssigen Alkalisilikat, vornehmlich Natriumsilikat, mit einer Konzentration von 25° bis 60° Baumé, in dem das Alkalioxyd:Siliciumdioxyd-Gewichtsverhältnis 1:1 bis 1:5 beträgt, einer Menge eines Härtungsmittels für das Silikat, die ausreicht, um den Alkalioxyd-Gehalt desselben in eine weniger lösliche Form umzuwandeln und zugleich den Siliciumdioxyd-Gehalt als unlösliches SiO_2 zu fällen, 0,05 bis 1,0 Gewichtsprozent, bezogen auf das Silikatgewicht, eines in alkalischem Medium wirksamen Schaummittels, vornehmlich einer Fettsäure mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen, und 10 bis 75 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamt-Trockengewicht der Masse, wenigstens eines Vertreters aus der Stoffgruppe abgeblätterter Vermiculit und geblähter Perlit.
2. Gegen Hitze und bzw. oder Schall isolierende Materialien, gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Verhältnis des Alkalioxyds zum Siliciumdioxyd 1:2,75 bis 1:3,75 beträgt und die Konzentration desselben sich auf 35° bis 50° Baumé beläuft.
3. Gegen Hitze und bzw. oder Schall isolierende Materialien gemäß den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Härtungsmittel aus einem fein verteilten Feststoff mit einer maximalen Teilchengröße von 10 Mikron besteht.

4. Gegen Hitze und bzw. oder Schall isolierende Materialien gemäß jedem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß als Härtungsmittel wenigstens ein anorganisches Fluorsilikat dient, das aus der Stoffgruppe Kieselflußsäure und Ammonium-, Lithium-, Natrium-, Zink-, Kupfer-, Magnesium-, Barium-, Kalium- und Calciumfluorsilikat ausgewählt ist.
5. Gegen Hitze und bzw. oder Schall isolierende Materialien gemäß jedem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Gemisch auch 2 bis 20 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht der Masse und auf Trockengewichte, eines verstärkenden Natur- oder Kunstfasermaterials, wie Glasfasern, Glaswolle, Steinwolle, Schlackenwolle oder Mischungen derselben, enthält.
6. Ein ein Baumaterial, wie Baustahl oder Wandverkleidungen als Substrat aufweisender Gebrauchsgegenstand, dadurch gekennzeichnet, daß die Substratoberflächen zumindest teilweise mit dem Isoliermaterial gemäß irgendeinem der vorangehenden Ansprüche überzogen sind.
7. Verfahren zur Herstellung der gegen Hitze und bzw. oder Schall isolierenden Materialien gemäß irgendeinem der Ansprüche 3 und 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Härtungsmittel dem flüssigen Alkalisilikat zwecks Verkürzung der Abbinde- und Härtungszeit desselben einverleibt und danach das Gemisch zum Abbinden und Aushärten gebracht wird.

DERWENT-ACC-NO: 1974-52245V**DERWENT-WEEK:** 197443

COPYRIGHT 2008 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Cold setting insulating material consisting of vermiculite/perlite with an alkali-silicate bond**PATENT-ASSIGNEE:** GRACE & CO W R[GRAC]**PRIORITY-DATA:** 1973DE-2300724 (January 8, 1973)**PATENT-FAMILY:**

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE
DE 2300724 A	July 11, 1974	DE
FR 2212826 A	August 30, 1974	FR

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
DE 2300724A	N/A	1973DE-2300724	January 8, 1973

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 2300724 A**BASIC-ABSTRACT:**

Heat and sound insulating material consists of a cast set and hardened material made up from a mixt. of a liq. alkali silicate, pref. a silicate soln. having a concn. of 25-60 degrees Baume in which the alkali oxide/SiO₂ wt. ratio is 1:1 - 1:1.5 plus sufficient silicate hardener to transform the alkali oxide in it into a less soluble form and at the same time to precipitate the SiO₂ as insoluble SiO₂, plus 0.05-1 wt.% of the silicate contents of a foaming agent effective in an alkali medium and consisting pref. of a fatty acid with 12-22C plug 10-75 wt.% of the total dry wt. of the mass of ?1 exfoliated vermiculite and foamed perlite. A fibre reinforcing material may be opt. added. The material is useful in the building industry.

TITLE-TERMS: COLD SET INSULATE MATERIAL CONSIST VERMICULITE
PEARLITE ALKALI SILICATE BOND

DERWENT-CLASS: G02 L02 Q43 Q67

CPI-CODES: G02-A05; L02-D15;